

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号

第2754183号

(45)発行日 平成10年(1998)5月20日

(24)登録日 平成10年(1998)3月6日

(51)Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

FI

G 0 1 L 1/16

G 0 1 L 1/16

G 0 1 N 21/84

G 0 1 N 21/84

D

請求項の数2(全5頁)

(21)出願番号 特願平7-227188

(22)出願日 平成7年(1995)8月11日

(65)公開番号 特開平9-54043

(43)公開日 平成9年(1997)2月25日

審査請求日 平成7年(1995)8月14日

(73)特許権者 000001144

工業技術院長

東京都千代田区霞が関1丁目3番1号

(72)発明者 徐 超男

佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1

工業技術院九州工業技術研究所内

(72)発明者 渡辺 忠彦

佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1

工業技術院九州工業技術研究所内

(72)発明者 秋山 守人

佐賀県鳥栖市宿町字野々下807番地1

工業技術院九州工業技術研究所内

(74)指定代理人 工業技術院九州工業技術研究所長

審査官 福田 裕司

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 色変化による応力状態の検出表示方法

1

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】計測対象の材料上に、応力を電気信号に変換する薄膜または塗着膜からなる圧電材料と、電気化学反応で色が変わる薄膜または塗着膜からなるエレクトロ・クロミック材料とを、電気的に接続して配設し、計測対象材料に作用する応力により上記圧電材料において電気信号を発生させ、その電気信号による上記エレクトロ・クロミック材料の色の変化により、測定対象材料上の応力状態を検出表示することを特徴とする色変化による応力状態の検出表示方法。

【請求項2】請求項1に記載の方法において、エレクトロ・クロミック材料の色の変化により、測定対象材料上の応力状態を検出表示すると同時に、応力の累積をエレクトロ・クロミック材料における色の累積性とメモリ性により表示する。

2

ことを特徴とする色変化による応力状態の検出表示方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セラミックスや先端複合材料をはじめ、あらゆる材料における応力検知および破壊予知のための応力状態の検出表示方法に関するものであり、更に具体的には、応力破壊、疲労によるクラックの発生、衝撃損傷など、広い範囲の応力異常を検出対象とする色変化による応力状態の検出表示方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、応力破壊、疲労によるクラックの発生、衝撃損傷などに対する材料の安全性検査のほとんどが、各種の機械、装置等の運転停止時の点検により行

10

われている。運転時の点検では、超音波や電磁波、レーザーなどを利用した高価な解析装置が必要である上に、運転時における微小なクラックの検出は難しく、安全性を判断しがたい状況にある。

【0003】一方、応力状態のオンライン自動計測として、圧電素子の応用が検討されているが、これも接触による計測である上に、高価な電気計測機器が必要とされ、また電気計測機器と接続する関係で、構造材料との一体化を実現できないのが現状である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、このような背景を踏まえ、高価な計測装置を必要とすることなく、一目瞭然に応力状態を検出表示できるようにした色変化による応力状態の検出表示方法を提供することを目的とする。また、本発明は、構造材料等に材料自身の応力状態の表示機能とそれを累積的にメモリする機能をもたせて色変化による応力状態の検出表示を行うようにした検出表示方法を提供することを目的とする。

【0005】

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するために、本発明の色変化による応力状態の検出表示方法は、計測対象の材料上に、応力を電気信号に変換する薄膜または塗着膜からなる圧電材料と、電気化学反応で色の変わる薄膜または塗着膜からなるエレクトロ・クロミック材料とを、電気的に接続して配設し、計測対象材料に作用する応力により上記圧電材料において電気信号を発生させ、その電気信号による上記エレクトロ・クロミック材料の色の变化により、測定対象材料上の応力状態を検出表示することを特徴とするものである。上記方法においては、応力の累積をエレクトロ・クロミック材料における色の累積性とメモリ性により表示することができる。

【0006】上記、応力状態の検出表示方法においては、測定対象の材料に異常応力が作用した場合に、圧電材料からの電気信号によるエレクトロ・クロミック材料の発色効果を利用することによって応力状態を表示するので、高価な計測装置を必要とすることなく、一目瞭然に応力状態を検出表示でき、また、エレクトロ・クロミック材料における色の累積性とメモリ性により、応力状態の表示を累積的にメモリ表示することができる。

【0007】

【発明の実施の形態】本発明の実施の形態について詳述すると、本発明に係る応力状態の検出表示方法は、基本的には、アルミナのようなセラミックスや先端複合材料をはじめ、鉄鋼のような金属、その他あらゆる材料における応力を検知の対象とするが、各種の機械、装置等の構造材料における応力の検出表示に好適に用いられるものであり、応力破壊、疲労によるクラックの発生、衝撃損傷など、広い範囲の応力異常を予知検出するために有効なものである。

【0008】上記応力の検出のためには、構造材料等の計測対象の上に、異常な応力を電気信号に変換する薄膜または塗着膜からなる圧電材料と、その圧電材料からの電気信号に基づく電気化学反応で色の変わる薄膜または塗着膜からなるエレクトロ・クロミック材料とを組み合わせ、それらを電気的に接続して配設するが、それらの圧電材料とエレクトロ・クロミック材料としては、現在知られているそれぞれの材料を適宜選択して利用することができる。

10 【0009】例えば、圧電材料としては、PZT、AlN、LiNbO<sub>3</sub>、ZnOなどのようなキュリー点が高く、かつ成膜技術が確立されたものを用いることが有利である。また、エレクトロ・クロミック材料としては、一般的に、電位によって色が変わる色素材料である化合物とイオンを提供する電解質層の二つの部分で構成される。色素材料としては、種々な遷移金属酸化物、および多種な有機化合物などを用いることが可能であり、電解質としては、固体電解質や超イオン伝導ガラスなどを用いることができる。また、既に提案されている色素化合物と電解質を一つにまとめたエレクトロ・クロミック複合材、例えば、電解質となる高分子ゲルマトリックス、色素となる芳香族化合物、および架橋剤などと一緒に重合、ゲル化して得た単独膜型エレクトロ・クロミック材のようなものを用いれば、単一層で着色機能をもたせることができる。なお、圧電材料とエレクトロ・クロミック材料とを電気的に接続するためには、それらの上下接合面にそれぞれ電極を設けることが必要である。

30 【0010】本発明の検出表示方法は、例えば、図1に示すような態様で実施することができる。同図について説明すると、応力異常を検出しようとする計測対象の構造材料(MoSi<sub>2</sub>)1上に、圧電材料AlNからなる膜2と、透明電極(ITO)3と、電解質(Na-β-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)4および色素材料(WO<sub>3</sub>)5からなるエレクトロ・クロミック材料と、透明電極(ITO)6とを、順次積層している。ここでは、構造材料1を構成するMoSi<sub>2</sub>が導電性を有しているため、それを圧電材料膜2の片側電極として利用し、その構造材料と表面側の透明電極6とをリード線で接続している。したがって、構造材料1に異常応力が加えられると、圧電材料膜2の両端から電圧が発生し、その電圧が透明電極3を通してエレクトロ・クロミック材料に印加され、色素材料5のWO<sub>3</sub>膜が発色する。なお、この発色は実験的にも確かめている。

50 【0011】上記圧電材料とエレクトロ・クロミック材料とは、薄膜として測定対象の材料上に配設するが、その場合の薄膜化方法としては、スパッタ法、ゾルゲル法、蒸着法、溶射法、泳動電着法など、各種の方法を利用できる。また、現在既知の圧電膜作成技術、エレクトロ・クロミック材料の製膜技術など、すべて活用するこ

とができる。それらを塗着膜として用いることも可能である。さらに、上記の圧電材料とエレクトロ・クロミック材料とを一つに複合化することが可能である。応力発色機能を一つの層にまとめることによって構造が単純化でき、プロセス上で有利となる。

【0012】以上のような圧電材料とエレクトロ・クロミック材料との組み合わせを適宜選択し、それらを電気的に接続して応力発色機能をもたせ、それを構造材料等の計測対象材料上に配設すると、計測対象材料に作用する応力異常により上記圧電材料において電気信号を発生し、それが電極を通じてエレクトロ・クロミック材料に送られる。その電気信号に基づいてエレクトロ・クロミック材料が電気化学反応により色変化を起こし、それによって、測定対象の板等の構造材料にかかる応力状態を検出表示することが可能になる。上記電気信号は、作用する応力の強弱に比例し、そして電力量が大きいほどコントラストが大きくなる。さらに、電力量に応じて、エレクトロ・クロミック材料において働く色素も異なり、後述するように多色で応力状態を表示することも可能になる。

【0013】上記のように応力で生じたエレクトロ・クロミック材料における色変化は、累積性とメモリ性があり、瞬間的な応力異常がなくなった後でも、その応力で発生した色変化を保持することができる。また、応力の繰り返し回数に伴い、発生する色変化のコントラストが増す性質を有する。これらの性質は、応力の検出表示に有効に利用することができる。さらに、圧電材料とエレクトロ・クロミック材料を、構造材の表面に累積膜として取り付ければ、構造材料の応力状態を色の変化で判断することができる。

【0014】一方、同じ応力異常が発生しても、圧電材料を選ぶことによって強弱等の異なる電気信号が得られ、この電気信号の強弱（電力量）によってエレクトロ・クロミック材料の着色の濃淡が左右される。また、エレクトロ・クロミック材料を選ぶことによって望む電力量での好ましい色変化を起こすことが可能である。例えば、青色に変化する酸化タングステンや、黒に変化する酸化チタン、ダークブルーに変化する酸化二オプなどはそれぞれの着色に必要な電力量値があるので、多種な色素材料を組み合わせれば、多色で応力情報の表示が可能となる。

【0015】なお、上記の圧電材料とエレクトロ・クロミック材料により形成された応力発色機能を有する材料と構造材料とを、複合技術によって一体化することも可能である。このような応力ディスプレイ機能をもった材料は、材料自身の応力状態を人間に直接認識させることができる。また、無人システムにおいては、人間の「目」の代わりになる色認識可能な計測装置を用いれば、全自動かつ非接触的で、機械、装置等の運転時においても応力異常を検出することができる。

【0016】従来、一般的には、圧電材料から得られる電流量ではエレクトロ・クロミック材料の色を変化させることが出来ないと信じられていた。しかし、本発明者らは圧電体から瞬間的に相当な電力量を発することが可能であれば、それにより直接的にエレクトロ・クロミック材料の色変化も起こり得ると考え、その確認実験を行ったところ、圧電体から得られる瞬間的な電力量でエレクトロ・クロミック材料の色が変化することを確認し得た。本発明は、かかる確認の結果に基づくものであり、この発色機能の有効な利用により応力異常を一目でわかるように検出表示することができる。

【0017】以下に示す実施例としては、最も構成簡単な圧電体とエレクトロ・クロミック材料の組み合わせであるPZT/WO<sub>3</sub>、薄膜/電解液系を用いた場合について、図面を参照して説明するが、他の系についても同様な原理と方法で応力発色させることができる。

【0018】

【実施例】図2に応力発色実験に用いた装置の一例を示す。この実験装置では、圧電材料11として、PZT焼結体（φ5×1mm）を用い、その圧電材料11をステンレス板からなる一対の電極12で挟み、さらにそれらの電極12を絶縁性のゴム板13を介して万力14で挟圧するようにしている。エレクトロ・クロミック材料は、ゾルゲル法で作成した色素材料の酸化タングステン膜15（厚さ1μm）と、イオンを提供する塩酸水溶液（0.1N）の電解質16で構成し、その電解質16を入れた容器17内において、上記酸化タングステン膜15とステンレス板からなる電極18を対向させ、それらを前記一対の電極12に電気的に接続している。圧電材料11に対する応力は、万力14によって加えた。

【0019】上記のような構成で圧電材料11に応力を加えると、その圧電材料から電圧信号が発生するが、発生する電圧の大きさと周波数は応力を加える方法によって異なる。図3に、本実験で発生した電圧の一例を示す。この場合には、応力衝撃1回につき、電圧パルスは1回発生し、発生電圧としては応力の強さに比例するものが得られ、応力を調整することによって、最大電圧は1V程度で時間幅約1秒のパルスから、種々の変動パルスまで発生することを確認した。なお、構造材料の表面に圧電材料膜を形成し、その構造材料に応力を加えることにより、同様に電圧を発生することが実証されている。

【0020】図3に示したような電圧パルスをステンレス板電極18を通して、酸化タングステン膜15に印加すると、膜の色は直ちに無色から鮮やかな青色に変化した。これは酸化タングステン膜15に対する電子とイオン（この場合はプロトン）の同時注入により、青色のタングステンブロンスが形成されたことに起因する。イオン源としては、塩酸電解液の代わりに、他の液体電解質あるいは固体電解質を用いても同様な効果が得られる。

また、万力14により加える応力回数の増加に伴って、上記の酸化タングステン膜15の色のコントラストが増すことを確認した。さらに、この色変化については、長期間（少なくとも30日の実験期間）を経過してもメモリ性があることがわかった。

【0021】図4に、応力による発色後の酸化タングステン膜の吸光スペクトルの一例を示す。500nm付近に吸収ピークがあり、人間の視感度に近い光吸収を有していることがわかる。これにより、良好なコントラストが得られることがわかった。

【0022】

【発明の効果】以上に詳述した本発明の方法によれば、構造材料等の応力状態を色で表示することができ、各種工業分野における材料の疲労検知、衝撃検知、応力異常、破壊予知などに大きな発展をもたらすことを期待できる。しかも、本発明によれば、高価な計測装置を必要とすることなく、一目瞭然に応力状態を検出表示でき、\*

\*また、構造材料等に材料自身の応力状態の表示を累積的にメモリする機能をもたせて、色変化による応力状態の検出表示を行うことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明に係る色変化による応力状態の検出表示方法の実施の態様についての説明図である。

【図2】本発明の実験に用いた応力発色実験装置の概念図である。

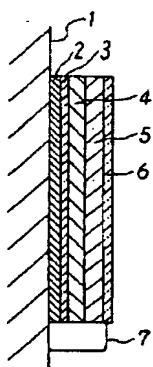
【図3】実験に用いたPZT圧電材料からの応力衝撃に伴う電圧の発生例を示す線図である。

【図4】PZT圧電材料からの電圧によって発色したWO<sub>3</sub>薄膜の吸光スペクトルの測定例を示す線図である。

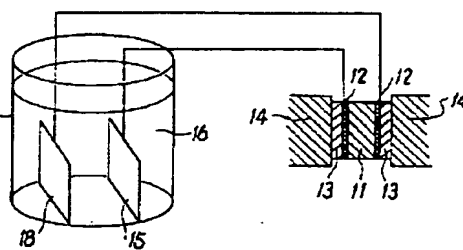
【符号の説明】

- 1 構造材料
- 2 圧電材料の膜
- 4 電解質
- 5 色素材料

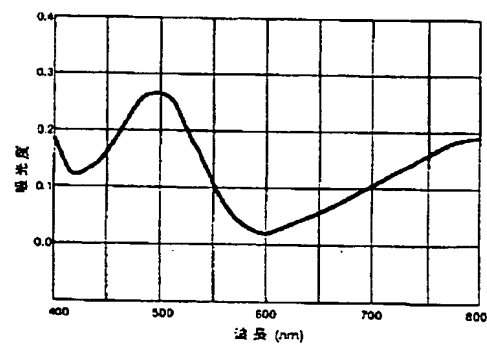
【図1】



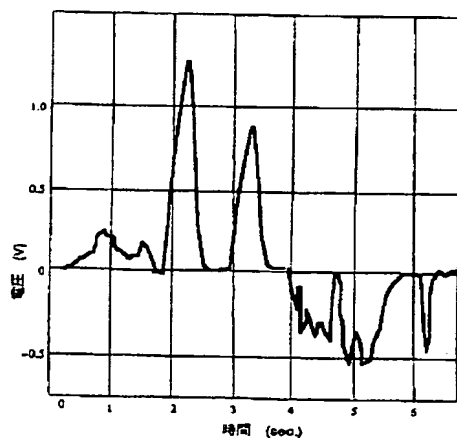
【図2】



【図4】



【図3】



フロントページの続き

(56)参考文献 特開 昭64-42623 (J P, A)  
特開 昭60-138812 (J P, A)  
特開 昭63-80548 (J P, A)

(58)調査した分野(Int.Cl.<sup>8</sup>, D B名)

G01L 1/16

G01N 21/84